

DIN EN ISO 9455-6



ICS 25.160.50

Einsprüche bis 2022-10-26
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 9455-6:1997-03

Entwurf**Flussmittel zum Weichlöten –
Prüfverfahren –****Teil 6: Bestimmung und Nachweis des Halogenidgehaltes (außer Fluorid)
(ISO/FDIS 9455-6:2022);****Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 9455-6:2022**

Soft soldering fluxes –

Test methods –

Part 6: Determination and detection of halide (excluding fluoride) content
(ISO/FDIS 9455-6:2022);

German and English version prEN ISO 9455-6:2022

Flux de brasage tendre –

Méthodes d'essai –

Partie 6: Dosage et détection des halogénures (à l'exception des fluorures)
(ISO/FDIS 9455-6:2022);

Version allemande prEN ISO 9455-6:2022

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-08-26 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nas@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Schweißen und verwandte Verfahren (NAS), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 43 Seiten

DIN-Normenausschuss Schweißen und verwandte Verfahren (NAS)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 9455-6:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 44 „Welding and allied processes“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 121 „Schweißen und verwandte Verfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 092-00-08 AA „Weichlöten (DVS AG V 6.2)“ im DIN-Normenausschuss Schweißen und verwandte Verfahren (NAS).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

DIN EN ISO 9455 besteht unter dem allgemeinen Titel *Flussmittel zum Weichlöten — Prüfverfahren* aus den folgenden Teilen:

- Teil 1: *Bestimmung nichtflüchtiger Stoffe, gravimetrische Methode*
- Teil 2: *Bestimmung nichtflüchtiger Stoffe, ebulliometrische Methode*
- Teil 3: *Bestimmung des Säurewertes, potentiometrische und visuelle Titrationsverfahren*
- Teil 5: *Kupferspiegeltest*
- Teil 6: *Bestimmung des Halogenidgehaltes (außer Fluorid)*
- Teil 9: *Bestimmung des Ammoniumgehaltes*
- Teil 10: *Bestimmung der Wirksamkeit des Flussmittels, Ausbreitungsprüfung*
- Teil 11: *Löslichkeit von Flussmittelrückständen*
- Teil 13: *Bestimmung von Flussmittelspritzern*
- Teil 14: *Bestimmung des Haftvermögens von Flussmittelrückständen*
- Teil 15: *Kupferkorrosionsprüfung*
- Teil 16: *Bestimmung der Wirksamkeit des Flussmittels, Verfahren zur Messung der Benetzungskraft*
- Teil 17: *Bestimmung des Widerstandes der Oberflächenisolierung, Kammprüfung und elektrochemische Migrationsprüfung von Flussmittelrückständen*

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 9454-1	siehe	DIN EN ISO 9454-1
ISO 9455-1	siehe	DIN EN 29455-1
ISO 9455-2	siehe	DIN EN ISO 9455-2

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 9455-6:1997-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Abschnitt 2 wurde aktualisiert;
- b) Abschnitt 3, Begriffe, wurde hinzugefügt;
- c) die Flussmittel-Kennzeichnung wurde nach ISO 9454-1:2016 aktualisiert;
- d) 4.2, 5.2, 6.2 und A.3 wurden umstrukturiert;
- e) Anmerkungen in 4.4, 5.4, 5.6, 6.4 und 7.4.1.4 wurden in Fließtext umgewandelt;
- f) bei Tabelle 1 wurde ein Titel hinzugefügt;
- g) Gleichungen wurden nummeriert;
- h) geringfügige redaktionelle Änderungen.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN 29455-1, *Flußmittel zum Weichlöten; Prüfverfahren; Teil 1: Bestimmung nichtflüchtiger Stoffe, gravimetrische Methode (ISO 9455-1)*

DIN EN ISO 9454-1, *Flußmittel zum Weichlöten — Einteilung und Anforderungen — Teil 1: Einteilung, Kennzeichnung und Verpackung (ISO 9454-1)*

DIN EN ISO 9455-2, *Flußmittel zum Weichlöten — Prüfverfahren — Teil 2: Bestimmung nichtflüchtiger Stoffe, ebulliometrische Methode (ISO 9455-2)*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-2)*

August 2022

prEN ISO 9455-6

Flussmittel zum Weichlöten – Prüfverfahren – Teil 6: Bestimmung und Nachweis des Halogenidgehaltes (außer Fluorid) (ISO/FDIS 9455-6:2022)

Soft soldering fluxes – Test methods – Part 6: Determination and detection of halide (excluding fluoride) content (ISO/FDIS 9455-6:2022)

Flux de brasage tendre – Méthodes d'essai – Partie 6: Dosage et détection des halogénures (à l'exception des fluorures) (ISO/FDIS 9455-6:2022)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Methode A: Potentiometrische Methode (Referenzmethode)	7
4.1 Prinzip	7
4.2 Reagenzien	7
4.3 Geräte	8
4.4 Verfahren	8
4.5 Berechnung der Ergebnisse	9
5 Methode B: Titrationsmethode zur Bestimmung des Halogenidgehaltes (außer Fluorid) wasserlöslicher Flussmittel	9
5.1 Prinzip	9
5.2 Reagenzien	10
5.3 Geräte	10
5.4 Verfahren	10
5.5 Standardisierung der Ammoniumthiocyanatlösung (5.2.2)	11
5.6 Berechnung der Ergebnisse	11
6 Methode C: Titrationsmethode zur Bestimmung des Halogenidgehaltes (außer Fluorid) wasserlöslicher Flussmittel, die Phosphate enthalten	11
6.1 Prinzip	11
6.2 Reagenzien	12
6.3 Geräte	12
6.4 Verfahren	12
6.5 Standardisierung der Ammoniumthiocyanatlösung (6.2.2)	13
6.6 Berechnung der Ergebnisse	13
7 Methode D: Qualitative Prüfung auf Halogenide im Flussmittel	13
7.1 Prinzip	13
7.2 Reagenzien	14
7.3 Geräte	14
7.4 Verfahren	14
7.4.1 Bereitung der Flussmittelprüflösung	14
7.4.2 Prüfung	15
8 Genauigkeit	15
8.1 Allgemeines	15
8.2 Methode A	16
8.3 Methode B	16
8.4 Methode C	16
9 Prüfbericht	16
Anhang A (normativ) Methode zur Standardisierung der Silbernitratlösung	18
A.1 Anwendungsgebiet	18
A.2 Prinzip	18
A.3 Reagenzien	18
A.4 Geräte	18
A.5 Bereitung von Standard-Natriumchloridlösungen	18
A.6 Verfahren	19
A.7 Berechnung der Ergebnisse	19
Literaturhinweise	21

Tabellen

Tabelle 1 — Prüfergebnisse von zinkchloridhaltigen Flussmitteln	16
---	----

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 9455-6:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 44 „Welding and allied processes“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 121 „Schweißen und verwandte Verfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 9455-6:1997 ersetzen.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/FDIS 9455-6:2022 wurde von CEN als prEN ISO 9455-6:2022 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 44, *Welding and allied processes*, Unterkomitee SC 12, *Soldering materials*, in Zusammenarbeit mit dem Europäischen Komitee für Normung (CEN) Technisches Komitee CEN/TC 121, *Schweißen und verwandte Verfahren*, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 9455-6:1995), von der sie eine Minor Revision darstellt. Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- Abschnitt 2 wurde aktualisiert;
- Abschnitt 3, Begriffe, wurde hinzugefügt;
- die Flussmittel-Kennzeichnung wurde nach ISO 9454-1:2016 aktualisiert;
- 4.2, 5.2, 6.2 und A.3 wurden umstrukturiert;
- Anmerkungen in 4.4, 5.4, 5.6, 6.4 und 7.4.1.4 wurden in Fließtext umgewandelt;
- Bei Tabelle 1 wurde ein Titel hinzugefügt;
- Gleichungen wurden nummeriert;
- geringfügige redaktionelle Änderungen.

- Entwurf -

E DIN EN ISO 9455-6:2022-10
prEN ISO 9455-6:2022 (D)

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 9455 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden. Offizielle Auslegungen von Dokumenten aus dem ISO/TC 44, falls vorhanden, sind auf dieser Internetseite verfügbar: <https://committee.iso.org/sites/tc44/home/interpretation.html>.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt drei quantitative Methoden zur Bestimmung des Gehaltes ionischer Halogenide (außer Fluorid) eines Weichlötlösungsmittels fest. Die Halogenide werden als Chlorid berechnet. Ebenso wird eine brauchbare qualitative Prüfmethode zum Nachweis von ionischen Halogeniden beschrieben.

Methode A ist eine potentiometrische Titration zur Bestimmung des Halogenidgehaltes (außer Fluorid) und ist anwendbar auf Flussmittel der Klassen 1 und 2 nach ISO 9454-1. Diese Methode dient als Referenzmethode für diese Flussmittel und ist geeignet für Halogenidgehalte im Bereich von 0,05 % Massenanteil bis 2 % Massenanteil des nichtflüchtigen Bestandteiles des Flussmittels.

Methode B ist eine Titrationsmethode zur Bestimmung des Gesamthalogenidgehaltes (außer Fluorid) wasserlöslicher Flussmittel, anwendbar für Flussmittel der Klassen 2122 bis 2124, 3112 bis 3114 und 3212 bis 3214 nach ISO 9454-1.

Methode C ist eine Titrationsmethode zur Bestimmung des Halogenidgehaltes (außer Fluorid) wasserlöslicher Flussmittel, die Phosphate enthalten, und ist anwendbar für Flussmittel der Klasse 331, nach ISO 9454-1.

Methode D ist eine qualitative Prüfung, die mit Silberchromatpapier durchgeführt wird und die Anwesenheit von ionischen Halogeniden anzeigt. Dieses Verfahren kann für alle Flussmittelklassen angewandt werden.

2 Normative Verweisungen

Es gibt keine normativen Verweisungen in diesem Dokument.

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

4 Methode A: Potentiometrische Methode (Referenzmethode)

4.1 Prinzip

Eine vorbereitete und gewogene Flussmittelprobe wird in einem geeigneten Lösungsmittel gelöst. Diese Lösung wird mit einer Standard-Silbernitratlösung mit einer Silberelektrode titriert. Das Potential in mV wird gleichzeitig aufgezeichnet. Aus dem Graphen aus Volumen Titrant gegen mV-Wert wird der Wendepunkt ermittelt, woraus der prozentuale Halogenidgehalt, ausgedrückt als Chlorid, errechnet wird. Für die Bestimmung von Fluorid ist diese Methode nicht geeignet.

Diese Methode ist anwendbar auf Flussmittel der Klassen 1 und 2 nach ISO 9454-1.

4.2 Reagenzien

Es dürfen nur Reagenzien von anerkannter analytischer Qualität und nur destilliertes oder deionisiertes Wasser mit einer Leitfähigkeit kleiner als 10 $\mu\text{S}/\text{cm}$ zur Anwendung kommen.

4.2.1 Propan-2-ol

4.2.2 Silbernitratlösung (0,02 mol/l)

3,4 g Silbernitrat (AgNO_3) wird in Wasser gelöst, in einen 1-l-Messkolben überführt und bis zur Messmarke mit Wasser verdünnt und gut durchmischt. Silbernitrat (AgNO_3) sollte bei $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ 16 h getrocknet und in einem Exsikkator abgekühlt werden, bevor gewogen wird.

Alternativ kann ein käufliches Konzentrat benutzt werden, um die 0,02-mol/l-Standard-Silbernitratlösung herzustellen.

Die Silbernitratlösung wird standardisiert nach der Methode im Anhang A, um den Korrelationsfaktor f_1 zu bestimmen. Die Lösung wird in einer Braunglasflasche aufbewahrt.

ANMERKUNG 1 ml Silbernitratlösung ist äquivalent zu $0,000\,709 \times f_1$ Gramm Chlorid.

4.3 Geräte

Übliche Laborgeräte und insbesondere die folgenden müssen verwendet werden:

4.3.1 Millivoltmeter

4.3.2 Silberelektrode

4.3.3 Quecksilber/Quecksilbersulfat 1 mol/l Natriumsulfat-Elektrode oder reversible Wasserstoffelektrode.

4.3.4 Magnet- oder mechanischer Rührer mit variabler Umdrehungszahl, Rührstab mit PTFE beschichtet.

4.4 Verfahren

An der Flussmittelprobe wird eine Dreifachbestimmung durchgeführt.

Etwa 0,5 g des festen Flussmittels oder 2 g des flüssigen Flussmittels werden mit einer Genauigkeit von 0,001 g in ein niedriges 250-ml-Becherglas eingewogen. Dabei muss während des Einwiegens ein Verlust flüchtiger Stoffe vermieden werden.

Dieses Verfahren ist allgemein anwendbar für ionische Halogenidkonzentrationen im Bereich von 0,1 % Massenanteil bis 1 % Massenanteil des nichtflüchtigen Gehaltes der zu titrierenden Lösung. Flussmittelproben, deren ionische Halogenidkonzentrationen außerhalb des Bereiches liegen, sollten der Methode wie folgt angepasst werden:

- a) bei Flussmittelproben, deren ionische Halogenidkonzentrationen im Bereich von 0,05 % Massenanteil bis 0,1 % Massenanteil liegen, sollte die Probenmasse verdoppelt werden; und
- b) bei Flussmittelproben, deren ionische Halogenidkonzentrationen im Bereich von 1 % Massenanteil bis 2 % Massenanteil liegen, sollte die Probenmasse halbiert werden.

100 ml Propan-2-ol (4.2.1) oder Wasser, entsprechend der Löslichkeit des Flussmittels werden hinzugefügt, mit einem Uhrglas bedeckt und durch Schwenken gelöst.

Bei Flussmitteln der Klasse 12 nach ISO 9454-1 sollte das Lösungsmittel zwischen Hersteller und Anwender vereinbart werden.

Das Becherglas wird auf den Titrierstand mit Elektrode, Rührer und Bürette gestellt und die Rührgeschwindigkeit so hoch eingestellt, dass es gerade nicht spritzt. Mit Silbernitratlösung (4.2.2) wird titriert, indem man durch Zugabe von jeweils 1 ml den mV-Wert aufzeichnet. Bei Annäherung an den Endpunkt wird die Zugabe von Titrant auf 0,1 ml reduziert und die Titration über den Endpunkt hinaus fortgesetzt.

Die Titrationskurve wird aufgezeichnet, indem man die Potentialwerte gegen das Volumen Titrant aufträgt. Der Wendepunkt der Kurve entspricht dem Endpunkt der Titration.

Der Wendepunkt der Kurve kann leicht über die abgeleitete Differentialkurve ermittelt werden.

Zum Vergleich führt man eine Bestimmung des Blindwertes mit allen benutzten Reagenzien durch.

4.5 Berechnung der Ergebnisse

Der Halogenidgehalt (außer Fluorid), ausgedrückt in Massenprozent Chlorid im Flussmittel, ergibt sich durch Gleichung (1):

$$\frac{0,070\ 9 \times V}{m} f_1 \quad (1)$$

Dabei ist

V das verbrauchte Volumen, in Milliliter, der Silbernitratlösung, minus dem ermittelten Blindwert;

f_1 der Korrelationsfaktor der Silbernitratlösung (siehe 4.2.2);

m die Masse der Probe in Gramm.

Der Halogenidgehalt der Flussmittelprobe ist der Mittelwert der Ergebnisse der Dreifachbestimmung der Prüfproben.

Der Halogenidgehalt kann auch in Massenprozent Chlorid im Festkörper des Flussmittels durch Gleichung (2) ausgedrückt werden:

$$\frac{7,09 \times V}{mS} f_1 \quad (2)$$

Dabei ist

S der nichtflüchtige Gehalt der Probe, bestimmt nach ISO 9455-1 oder ISO 9455-2. Für feste Flussmittel ist $S = 100$.

5 Methode B: Titrationsmethode zur Bestimmung des Halogenidgehaltes (außer Fluorid) wasserlöslicher Flussmittel

5.1 Prinzip

Eine vorbereitete und gewogene Flussmittelprobe wird mit einem bestimmten Volumen Schwefelsäure bekannter Konzentration versetzt und mit Wasser auf ein bekanntes Volumen aufgefüllt. Die Lösung wird dann mit Überschuss einer bestimmten Menge einer Standard-Silbernitratlösung versetzt und der Überschuss mit Ammoniumthiocyanat titriert. Eine Blindwertbestimmung wird gleichzeitig mit Wasser an Stelle von Flussmittel durchgeführt. Der Halogenidgehalt, ausgedrückt als Chlorid, wird berechnet. Die Methode ist nicht geeignet für die Bestimmung von Fluorid.

Diese Prüfung ist nur anwendbar auf Flussmittel der Klassen 2122 bis 2124, 3112 bis 3114 und 3212 bis 3214 nach ISO 9454-1.

Einige flüssige Flussmittel enthalten freie Salzsäure, und der Halogenidgehalt wird demzufolge größer sein, als dies der äquivalenten Menge Zink oder anderer anwesender Chloride entspricht.